

[Previous Doc](#)   [Next Doc](#)   [Go to Doc#](#)  
[First Hit](#)

[Generate Collection](#)

L6: Entry 4 of 4

File: JPAB

Mar 1, 1994

PUB-N0: JP406056592A

JP 6-56592

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06056592 A

TITLE: PIEZOELECTRIC LITAO3 THIN FILM

PUBN-DATE: March 1, 1994

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SHIBATA, YOSHIHIKO

KAYA, TATSUYOSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

ASAHI CHEM IND CO LTD

APPL-NO: JP04217001

APPL-DATE: August 14, 1992

US-CL-CURRENT: 427/585

INT-CL (IPC): C30B 29/30

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain an LiTaO<sub>3</sub> thin film having piezoelectricity and faster surface acoustic wave velocity than that of a bulk single crystal of LiTaO<sub>3</sub> by forming the film having piezoelectricity on a sapphire substrate and specifying the surface acoustic wave velocity.

CONSTITUTION: The LiTaO<sub>3</sub> thin film having piezoelectricity and the surface acoustic wave velocity faster than 3500m/s is formed on the sapphire substrate. In the synthetic method of the piezoelectric body thin film, a laser abrasion method by which a ratio of the elements constituting a target is  $0.5 \leq Li/(formula\ II) \leq 3.5$  when a thin film of formula I ( $0 \leq x \leq 1$ ) is synthesized is preferred, and the objective thin film can be obtained especially by using mixed gas of oxygen and ozone as oxidizing gas within the limited pressure range. The LiTaO<sub>3</sub> thin film can be used as a surface acoustic wave device and a surface acousto-optical element, etc.

COPYRIGHT: (C)1994, JPO&Japio

[Previous Doc](#)   [Next Doc](#)   [Go to Doc#](#)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-56592

(43)公開日 平成6年(1994)3月1日

(51)Int.Cl.  
C 30 B 29/30

識別記号 庁内整理番号  
B 7821-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全7頁)

(21)出願番号 特願平4-217001

(71)出願人 00000003

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(22)出願日 平成4年(1992)8月14日

(72)発明者 榎田 佳彦

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72)発明者 嘉屋 樹佳

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(54)【発明の名称】 壓電性LiTaO<sub>3</sub>薄膜

(57)【要約】

【目的】 壓電性があり、かつSAW速度がLiTaO<sub>3</sub>のバルク単結晶より大きいLiTaO<sub>3</sub>薄膜を提供する。

【構成】 サファイア基板上に成膜され、圧電性を有し、弾性表面波の速度が3500m/sより速い事を特徴とするLiTaO<sub>3</sub>薄膜。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 サファイア基板上に成膜され、圧電性を有し、かつ弾性表面波の速度が3500m/sより速いことを特徴とするLiTaO<sub>3</sub>薄膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は弾性表面波 (Surface Acoustic Wave、以下SAWと略す) デバイス及び光学素子材料などに使われる新規の圧電体薄膜に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】LiTaO<sub>3</sub> 単結晶は電気機械結合定数、電気光学効果、非線形光学効果などにおいて優れた性質を有しており、SAWデバイス用材料として実用化される一方光学素子として有望視されている材料である。近年の半導体技術の進歩による電子部品の集積化及び小型化に伴い、強誘電体素子、圧電体素子も小型化、薄膜化が進みつつあり、LiTaO<sub>3</sub> 単結晶に関しても薄膜化に対する需要は強く数多くの研究がなされてきている。

【0003】従来、LiTaO<sub>3</sub> 薄膜は液相エピタキシャル法、CVD法、真空蒸着法、ゾルゲル法、スパッタリング法等で作られおり、様々な学会報告が成されており、製造法特許も出されている。得られた膜はX線回折法や電子線回折法などによる結晶学的解析、2次イオン質量分析法やオージェ電子分光法などによる化学組成の解析、屈折率や光の伝搬損失などの光学的解析がなされている。しかし、圧電体であるはずのLiTaO<sub>3</sub> 薄膜の圧電特性についての報告は極めて稀であり、確からしい値が報告されている例はほとんど無く、例えば、SAWフィルターが形成されたという報告例は皆無である。これは、今までに得られているLiTaO<sub>3</sub> と思われている薄膜が結晶学的、光学的、化学組成的にはLiTaO<sub>3</sub> に類似しているが不完全であり、SAWフィルターなどのデバイスが形成できるほどの面積で、単分域化されたLiTaO<sub>3</sub> 薄膜は現在までに得られていない事を示している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、SAWデバイスや表面音響光学素子として用いることのできる圧電性を有するLiTaO<sub>3</sub> 薄膜を提供する事である。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、サファイア基板上に成膜され、圧電性を有し、かつ弾性表面波の速度が3500m/sより速いことを特徴とするLiTaO<sub>3</sub> 薄膜である。発明者らが鋭意検討を進めた結果、レーザーアブレーション法によりLiTaO<sub>3</sub> 薄膜を合成したところ圧電性を有するLiTaO<sub>3</sub> 薄膜が得られた。理由は定かではないがレーザーアブレーション法は不純物の混入が極めて少ないという利点があるため、Feな

2

どの混入による圧電性の低下がないと思われる事、また、スパッタリング法に比べ、薄膜がアラズマにさらされ表面などが損傷する可能性が少ない事、また、成膜速度を自由に調節できるために、結晶配向性の極めて良い薄膜の合成が可能な事などの有利な点が作用して圧電性を示すLiTaO<sub>3</sub>薄膜が得られたのではないかと考えられる。つまり、不純物の混入を完全に防ぎ、結晶配向性が良く、アラズマなどによる表面などの損傷が少ないLiTaO<sub>3</sub>薄膜ならば、合成法によらず圧電性を示すのではないかと思われる。

【0006】本発明においては、結晶性の評価はX線回折法による結晶学的解析、2次イオン質量分析法やオージェ電子分光法などによる化学組成の解析、屈折率や光の伝搬損失などの光学的解析がなされている。結晶性は0.90°以下である事が好ましく、更に好ましくは0.65°以下である。結晶性が、0.90°を上回る場合には圧電性が低下し、十分な特性が得られず、場合によっては測定できるほどの圧電性を示さなくなる。

【0007】また、薄膜中の不純物は蛍光X線分析 [(株)島津製作所 SXF-1100]によって原子番号が5以上の元素に関して全て分析した。この分析法により検出される不純物濃度は0.1wt%以上であり、この濃度以下の不純物に関しては、表1および表2において無いものとして示してある。不純物が圧電性に与える影響は定かではないが、少なくとも0.1wt%以上のFeの混入によって圧電性が損なわれ、2wt%以上では、測定できる程の圧電性を示さなくなる傾向が確認されており、混入する事は好ましくない。また、構成元素およびFe以外の元素の混入も好ましくない。尚、本発明によるLiTaO<sub>3</sub> 薄膜上のSAW速度がバルク単結晶のそれよりも大きい理由は定かでは無いが、基板としているサファイアのSAW速度の影響を受けているものと考えられる。以下に容易に本発明に達する合成法を記す。

【0008】合成方法は特願平3-243209号に開示されたレーザーアブレーション法による合成方法が適しており、すなわち、Li<sub>(Nb<sub>x</sub>Ta<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub></sub> 薄膜 (0≤x≤1) を合成する際に、ターゲットを構成する元素の比が1.5≤Li<sub>x</sub>(Nb<sub>x</sub>Ta<sub>1-x</sub>)O<sub>3</sub>≤3.5であるレーザーアブレーション法による圧電体薄膜の合成方法が適しており、特に、圧力範囲を限定し、酸化ガスとして酸素とオゾンの混合ガスを用いる事によって本発明に達し得る。レーザーはエキシマレーザー (ArF 193nm) を用い、レーザー周波数は20Hz、レーザー出力は150mJとする。ターゲットはLi<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 及び、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を原料とする焼結体 (サイズ15mmφ×3mm<sup>t</sup>) が用いられ、圧力は酸素及び、オゾンの混合ガスで、0.0005~0.005torrで行

3

われる。オゾンの濃度としては1 v o 1 %以上であることが好ましい。

## 【0009】

【実施例】次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。LiTaO<sub>3</sub> 薄膜の合成はレーザー-アブレーション法によって行われる。図1に装置の概要を示す。焼結体ターゲットにレーザー光を照射し酸素とオゾンの混合ガス雰囲気で基板に成膜される。以下合成にあたって使用した条件を列記する。

## 【0010】合成条件

単結晶基板	サファイアC、A、R、M面
基板温度	800°C
導入ガス	酸素とオゾン (8 v o 1 %)
の混合ガス	
ターゲットと基板の距離	3 cm
反応圧力	0.001 torr
ターゲットのLi/Ta	2.2
レーザー波長	193 nm (ArFエキシマ
レーザー)	
レーザー出力	150 mJ
レーザー周波数	20 Hz
反応時間	120分

以上の条件を用い、LiTaO<sub>3</sub> 薄膜の合成を行った。得られた薄膜のX線回折の結果を図2 (サファイアC面上)、図3 (サファイアA面上)、図4 (サファイアR面上)、図5 (サファイアM面上) に示す。サファイアC面上には(006)、サファイアA面上には(110)、サファイアR面上には(012)、サファイアM面上には(300)に配向したLiTaO<sub>3</sub> 薄膜が得られている。これらの薄膜がエビタキシャル成長している事は、高速電子線回折 (RHEED)、4軸X線回折法などによって確認される。合成した膜にフォトリソグラフィーブロセスにより樹形電極 (Inter Digital Transducer、以下IDTと略す) を

4

構成した。IDTは正規型電極で、電極指の対数は入力・出力ともに64対とし、波長(λ)は10 μmとした。このIDTにより各サンプルのSAWフィルター特性を評価し、Vsを求めた。その結果を結晶性、不純物の解析結果とともに表1に示す。サファイアR面上に成膜したLiTaO<sub>3</sub> 薄膜上のSAWフィルター特性の1例を図6に示す。これにより得られたLiTaO<sub>3</sub> 薄膜が圧電性を有することが明かである。

## 【0011】

10 【比較例】比較例として、スパッタリング法により、LiTaO<sub>3</sub> 薄膜の合成を行った。以下に、合成条件を示す。

## 合成条件

単結晶基板	サファイアC、A、R、M面
基板温度	800°C
導入ガス	酸素+Ar (1:1)
ターゲットと基板の距離	4 cm
反応圧力 (P)	0.005~0.001 torr

20 ターゲットのLi/Nb 2.2

高周波	13.56 MHz
r f-パワー (RF)	80~150 W

反応時間 120分

得られた薄膜のX線回折の結果を図7 (サファイアC面上)、図8 (サファイアA面上)、図9 (サファイアR面上)、図10 (サファイアM面上) に示す。結晶性、不純物の解析結果、SAW特性の評価を表2に示す。X線回折から判断すると、LiTaO<sub>3</sub> 薄膜が得られているようであるが、いずれの膜にも不純物が検出され、結晶配向性も実施例のものには及ばず、測定できるほどの圧電性は示さなかった。

## 【0012】

## 【表1】

30

5

6

No.	サファイア	結晶性/°	不純物	圧電性	Vs/m s <sup>-1</sup>
1	C面	0. 17	無し	有り	5529
2	C面	0. 44	無し	有り	5545
3	A面	0. 46	無し	有り	5620
4	A面	0. 35	無し	有り	5645
5	R面	0. 65	無し	有り	5650
6	R面	0. 64	無し	有り	5707
7	M面	0. 67	無し	有り	5520
8	M面	0. 69	無し	有り	5430

【0013】

\* \* 【表2】

No.	サファイア	P/torr	RF/W	結晶性/°	不純物	圧電性
1	C面	0.005	80	0.95	Fe	無し
2	C面	0.001	100	0.98	Fe	無し
3	A面	0.005	150	1.15	Fe	無し
4	A面	0.003	100	0.97	Fe	無し
5	R面	0.002	150	1.23	Fe	無し
6	R面	0.004	80	1.36	Fe	無し
7	M面	0.005	100	0.99	Fe	無し
8	M面	0.002	130	0.97	Fe	無し

## 【0014】

【発明の効果】本発明により圧電性があり、かつSAW速度がLiTaO<sub>3</sub>のバルク単結晶より大きいLiTaO<sub>3</sub>薄膜を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いる合成装置の一例を示す説明図である。

【図2】実施例においてサファイアC面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

【図3】実施例においてサファイアA面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

【図4】実施例においてサファイアR面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

【図5】実施例においてサファイアM面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

【図6】実施例において得られたSAWフィルター特性の一例を示すスペクトル図である。

\* 【図7】比較例においてサファイアC面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

30 【図8】比較例においてサファイアA面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

【図9】比較例においてサファイアR面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

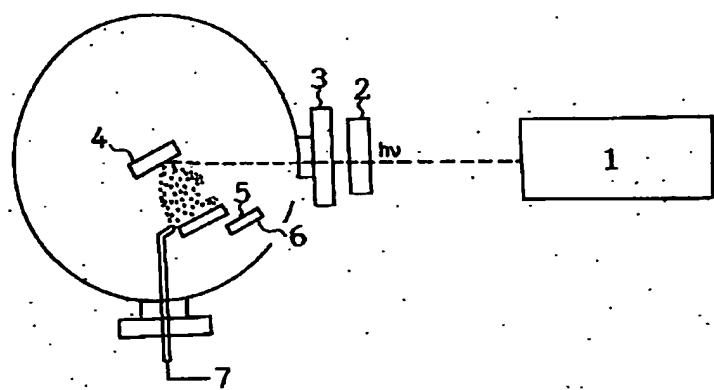
【図10】比較例においてサファイアM面上で得られたLiTaO<sub>3</sub>薄膜のX線回折結果を示すスペクトル図である。

## 【符号の説明】

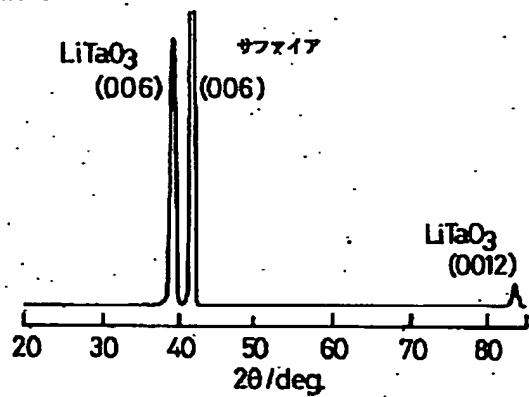
40 1 ArFエキシマーレーザー  
 2 レンズ  
 3 ウィンドウ  
 4 ターゲット  
 5 基板  
 6 膜厚測定装置  
 7 ガス導入口

\*

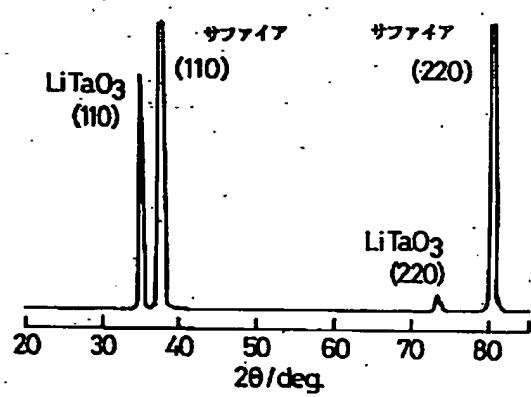
【図1】



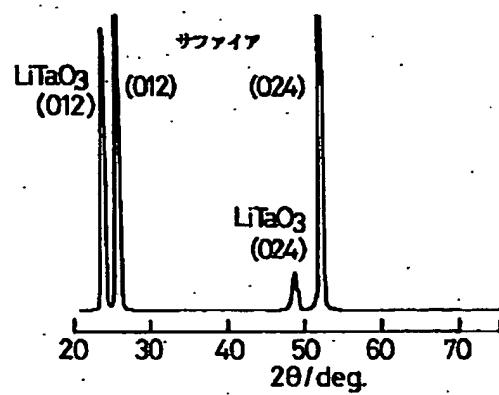
【図2】



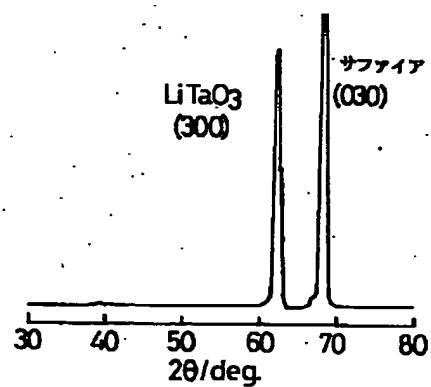
【図3】



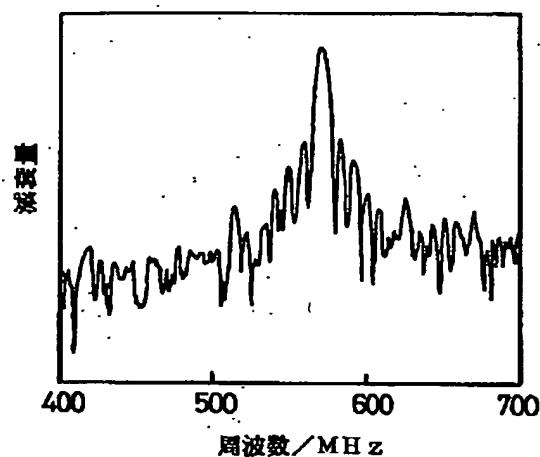
【図4】



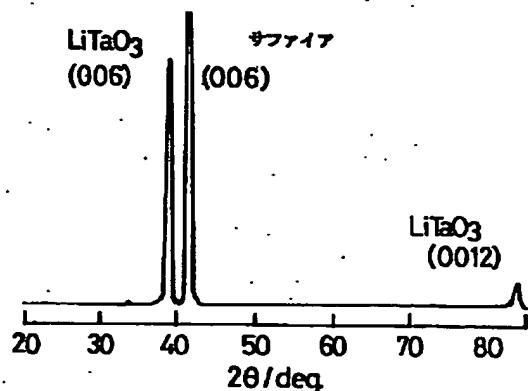
【図5】



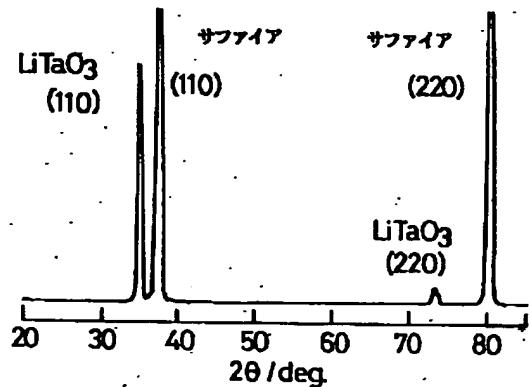
【図6】



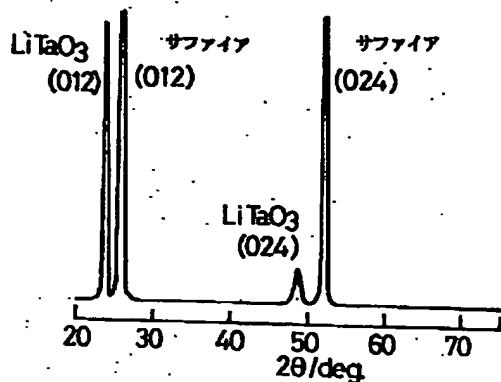
【図7】



【図8】



【図9】



【図10】

